

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 881 324 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
02.12.1998 Patentblatt 1998/49

(51) Int. Cl.⁶: **D06P 1/00**, D06L 3/12

(21) Anmeldenummer: **98108748.9**

(22) Anmeldetag: **14.05.1998**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **26.05.1997 DE 19721906**
25.08.1997 DE 19736923

(71) Anmelder: **BAYER AG**
51368 Leverkusen (DE)

(72) Erfinder:

- **Kümmeler, Ferdinand**
51371 Leverkusen (DE)
- **Walz, Klaus, Dr.**
51381 Leverkusen (DE)
- **Pirkotsch, Michael**
51381 Leverkusen (DE)
- **Pfeiffer, Josef**
51381 Leverkusen (DE)
- **Lesszinsky, Fritz**
51465 Bergisch Gladbach (DE)

(54) **Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthefasern**

(57) Synthefasern oder daraus hergestellte textile Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, können in einer Flotte gleichzeitig von diesen Avivagen befreit und eingefärbt werden. Die Flotte enthält als wesentliche Inhaltsstoffe

a) anionische und/oder amphotere Tenside,

b) Farbstoffe und

c) gegebenenfalls weitere Stoffe aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe/-alkohole, Sorbitester und deren Oxalkylate, Fettsäureethanolamide, Alkylpolyglykoside und Lösungsmittel.

Die Behandlung wird bei pH 4,0 bis 7,5 bei 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis 1:5 bis 1:100 durchgeführt.

EP 0 881 324 A2

FA S 20 - Literatur

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren, das es bei Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, gestattet, in einem Arbeitsgang gleichzeitig diese Avivagen zu entfernen und solche Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien einzufärben. Hierzu werden die Fasern oder textilen Materialien mit einer wäßrigen Flotte behandelt, die als wesentliche Inhaltsstoffe a) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside, b) einen oder mehrere Farbstoff(e) und c) gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoff(e) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, der Sorbitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglycoside und der Lösungsmittel enthält. Diese Behandlung wird im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:100 durchgeführt.

Erfindungsgemäß zu behandelnde Synthesefasern sind beispielsweise Polyamidfasern, etwa aus Polyamid-6 (Perlon und andere) oder Polyamid-66 (Nylon und andere), Polyesterfasern, Polyurethanfasern und andere dem Fachmann bekannte sowie deren Gemische untereinander und ihre Gemische mit anderen Fasern pflanzlicher und tierischer Herkunft. In besonderer Weise betrifft das erfindungsgemäße Verfahren Fasern aus Polyamiden und aus Polyurethanen sowie deren Gemische untereinander und ihre Gemische mit Fasern pflanzlicher und tierischer Herkunft, in besonders bevorzugter Weise Fasern aus Polyamid, Polyurethan oder Polyamid/Polyurethan-Gemischen. Daraus hergestellte textile Materialien sind gezwirnte oder andere textilmechanisch behandelte Garne und Gewirke, Gestricke oder Gewebe daraus. Für manche Anwendungen, beispielsweise zur Herstellung von Strümpfen, werden kombinierte Garne eingesetzt, die beispielsweise eine Polyurethanfaser und eine gekräuselte oder ungekräuselte Polyamidfaser beinhalten.

Zur Erhöhung der Maschinengängigkeit für Fasern und daraus hergestellte Garne werden diese mit einer Avivage versehen, die sich dann auch in den daraus hergestellten textilen Materialien befindet. Im Bereich der Synthesefasern sind dies häufig Mineralöle oder Silikonöle. Diese Öle als Avivagen stören jedoch den Färbevorgang von Fasern, Garnen und textilen Materialien durch starke Fleckenbildung. Daher muß eine Mineralöl- oder Silikonöl-Avivage vor dem Färbevorgang durch eine Wäsche entfernt werden. Eine solche Vorwäsche ist grundsätzlich bekannt und wird in bekannten Apparaten durchgeführt. Der Nachteil dieser separat durchzuführenden Wäsche besteht einmal in dem Zeitaufwand (etwa 80-90 min für einen Waschvorgang), in der Notwendigkeit, separate Apparate für diesen Zweck vorzuhalten, im Personalaufwand für diesen separaten Vorgang, in der Entstehung von großen zusätzlichen Abwassermengen, die entsorgt werden müssen, sowie im Energieaufwand für das Aufheizen und Abkühlen in diesem separaten Vorgang. Erst danach ist der Färbevorgang möglich, der unter erneutem Aufwand der genannten Ressourcen durchgeführt werden muß.

Es wurde nun gefunden, daß es möglich ist, die bisher separat durchgeführte Vorwäsche und den Färbevorgang mit einer Flotte gleichzeitig durchzuführen, wenn man eine Flotte zur Anwendung bringt, die neben einem oder mehreren Farbstoff(en) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside sowie gegebenenfalls einen oder mehreren weiteren Stoff(en) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, der Sorbitester und deren Oxalkylaten, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglycoside und der Lösungsmittel enthält.

Die Erfindung betrifft daher ein Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man solche Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien mit einer wäßrigen Flotte behandelt, die als wesentliche Inhaltsstoffe

a) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside,

b) einen oder mehrere Farbstoff(e) aus der Gruppe der Säurefarbstoffe, Metallkomplexfarbstoffe und Dispersionsfarbstoffe und

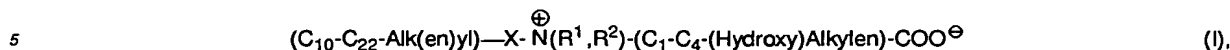
c) gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoff(e) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, der Sorbitester bzw. der Mannitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglykoside und der Lösungsmittel

enthält und die Behandlung im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:100 durchführt.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist demnach gekennzeichnet durch das Einfärben von Avivage enthaltenden Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien. Hierbei wird die Entfernung von Mineralöl- bzw. Silikonöl-Avivagen oder beiden und die Einfärbung in nur einer Flotte vorgenommen. Das erfindungsgemäße Verfahren wird unter den weiter unten angegebenen Bedingungen durchgeführt.

Geeignete amphotere Tenside für das erfindungsgemäße Verfahren sind Aminoxyde, Betaine und Sulfobetaine, die einen C₁₀-C₂₂-Kohlenwasserstoffrest enthalten, oder deren Mischungen.

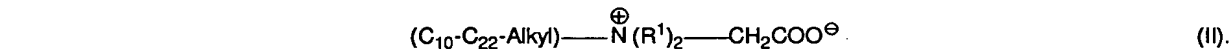
Bevorzugte amphotere Tenside sind Betaine der Formel



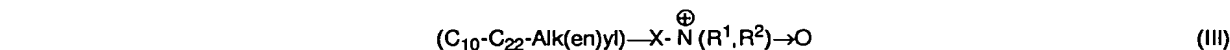
in der

X eine Einfachbindung oder die Gruppe -CO-NH-(C₂-C₃-Alkyl)- bedeutet und
 10 R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl oder Hydroxyethyl darstellt.

Unter diesen Betainen sind solche der Formel



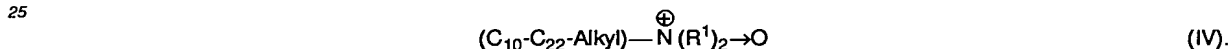
Unter den Aminoxyden sind solche der Formel



20 bevorzugt, in der

X, R¹ und R² die obige Bedeutung haben.

Besonders bevorzugte Aminoxyde sind solche der Formel



Einzelbeispiele für geeignete Betaine (II) sind: Dodecyl-dimethyl-betain, Kokosalkyldimethyl-betain, Tetradecyl-dimethyl-betain, Octadecyl-dimethyl-betain, Talkfettalkyldimethyl-betain, Oleyl-dimethyl-betain, Kokosalkyl-bis-hydroxyethyl-betain, Stearyl-bis-hydroxyethyl-betain, Talgfettalkyl-bis-hydroxyethyl-betain.

Einzelbeispiele für geeignete Aminoxyde (IV) sind z.B. Dodecyl-dimethyl-aminoxid, Kokosalkyl-dimethyl-aminoxid, Tetradecyl-dimethyl-aminoxid, Octadecyl-dimethylaminoxid, Talgfettalkyl-dimethyl-aminoxid, Oleyl-dimethyl-aminoxid, Kokosalkyl-bis-hydroxyethyl-aminoxid, Stearyl-bis-hydroxyethyl-aminoxid, Talgfettalkyl-bis-hydroxyethyl-aminoxid.

Geeignete anionische Tenside sind beispielsweise Sulfatierungsprodukte von C₁₀-C₂₂-Alkanolen, -Alkenolen oder deren Umsetzungsprodukten mit 1-50 Einheiten Ethylenoxid (EO), bevorzugt 1-40 Einheiten EO. Diese sulfatierten Produkte können als Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Ammonium-, Amin- oder Ethanolamin-Salze vorliegen. Weitere anionische Tenside sind Seifen von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Mersolaten und Alkylbenzolsulfonsäuren, die in Form der obengenannten Salze vorliegen. Weitere geeignete anionische Tenside sind Polyethercarboxylate der Formeln C₈-C₂₀-Alk(en)yl-(O-CH₂-CH₂)_x-O-CH₂-COO-M, worin X Zahlenwerte von 2-30, bevorzugt von 3-10, annimmt und M ein Äquivalent eines der obengenannten salzbildenden Kationen darstellt.

Amphotere und anionische Tenside der obengenannten Art werden vielfältig auf dem Gebiet der Textilbehandlung eingesetzt und sind dem Fachmann bekannt.

Mit Hilfe der genannten amphoteren und anionischen Tenside und gegebenenfalls der weiteren Stoffe gelingt es, die auf den obengenannten Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien enthaltenen Avivagen aus Mineralölen und Silikonölen oder deren Gemischen zu entfernen, ohne das gleichzeitig durchgeführte Einfärben der Synthesefasern oder der textilen Materialien zu stören. Es werden vielmehr überraschend Färbungen von hoher Einheitlichkeit erzielt. Mineralöl-Avivagen werden vielfach bei Polyamid- bzw. Polyester-Fasern eingesetzt, während Silikonöl-Avivagen vielfach bei Polyurethan-Fasern eingesetzt werden. Mineralöle sind beispielsweise Paraffinöle im Viskositätsbereich von 10-40 mPa.s; Silikonöle sind beispielsweise M-Öle im Viskositätsbereich von 3-100 mPa.s. Es hat sich herausgestellt, daß anionische Tenside bevorzugt in der Lage sind, Mineralöl-Avivagen abzuwaschen, während amphotere Tenside günstiger sind bei der Entfernung von Silikonöl-Avivagen. Für den Fall von Mischgeweben, beispielsweise Polyamid/Polyurethan oder Polyester/Polyurethan wird man daher bevorzugt Gemische aus anionischen und amphoteren Tensiden einsetzen.

Die Behandlungsflotte enthält ferner Farbstoffe, bevorzugt solche aus der Gruppe der Säurefarbstoffe, der Metallkomplexfarbstoffe oder der Dispersionsfarbstoffe. All diese Farbstoffe sind dem Fachmann bekannt und bedürfen keiner näheren Erläuterung.

Die Behandlungsflotte enthält gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoffe aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, bei-

EP 0 881 324 A2

spielsweise C₁-C₄-Carbonsäuren, bevorzugt Essigsäure, der Sorbitester bzw. Mannitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglykoside und der Lösungsmittel.

Nichtionische Tenside sind beispielsweise Alkohole, etwa Alkohole aus der Fettchemie oder Oxoalkohole, oder Almine oder Carbonsäuren aus der Fettchemie mit 9-13 C-Atomen, die mit 3-10 Einheiten EO und gegebenenfalls zusätzlich mit 2-5 Einheiten Propylenoxid (PO) umgesetzt worden sind. Unter diesen Umsetzungsprodukten sind die Alkohole der genannten C-Atomzahl bevorzugt. Solche nichtionischen Tenside sind dem Fachmann bekannt und bedürfen keiner näheren Erläuterung.

Als Terpen-Kohlenwasserstoff sei beispielsweise Limonen, Orangerterpen, α -Terpinen, Balsam-Terpinöl B, Diterpen DS, Diterpen B, Diterpen A, Limonen DL, Piperitone, Pine Oil 70 genannt; als Terpen-Alkohol und Ester hiervon mit niederen Carbonsäuren sei beispielsweise Pineol Terpinylacetat, Terpeneol genannt. Sorbitester bzw. Mannitester sind beispielsweise solche mit gesättigten oder ungesättigten C₁₂-C₁₈-Fettsäuren; gleichzeitig kommen deren Oxalkylate, beispielsweise mit 2-40 Einheiten EO und gegebenenfalls 2-10 Einheiten PO in Frage.

Fettsäureethanolamide haben beispielsweise einen Alkylrest mit 12-18 C-Atomen. Alkylpolyglykoside haben beispielsweise einen Alkylrest mit 8-12 C-Atomen. Als Lösungsmittel kommen beispielsweise Isopropanol, Methoxypropanol und andere dem Fachmann auf diesem Gebiet bekannte Lösungsmittel in Frage.

Bevorzugte Polyethercarboxylate sind beispielsweise Carboxy-methylierter Emulgator aus technischem Laurylalkohol (C₁₂ mit Anteilen bis C₁₈) mit 4 bis 8 mol EO; bevorzugte Alkylpolyglycoside haben 8-10 C-Atome; bevorzugte anionische Tenside sind C₁₂-C₁₈-Alkylsulfate mit 0-40 Einheiten Ethylenoxid. Bevorzugte nichtionische Tenside sind C₉-C₁₃-Alkohole mit 3-10 Einheiten Ethylenoxid. Bevorzugte Fettsäureethanolamide sind Gemische mit Alkylresten mit 12-18 C-Atomen.

In den erfindungsgemäßen Behandlungsbädern werden folgende Mengen der genannten Stoffe eingesetzt:

a) anionische und/oder amphotere Tenside in einer Menge von 0,05-2 g/l Wasch-/Färbeflotte, bevorzugt 0,1-1 g/l, bei Verwendung von anionischen und amphoteren Tensiden im Gewichtsverhältnis beider von 9:1-1:9;

b) 0,01-1 g/l eines oder mehrerer Farbstoffe für einen großen Bereich unterschiedlicher Farbtiefen, bevorzugt 0,03-0,3 g/l;

c) 0-1 g/l anionisches Tensid und/oder 0-1 g/l Terpenkohlenwasserstoffe/Terpenalkohole/deren Ester und/oder 0-1 g/l Sorbitester/Mannitester/deren Oxalkylate und/oder 0-2 g/l Fettsäureethanolamide und/oder 0-1 g/l Alkylpolyglykoside und/oder 0-2 g/l Lösemittel.

Wenn gebrauchsfertige Gemische/Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c) vorrätig gehalten werden, setzt man solche Gemische/Kombinationen neben den Farbstoffen in einer Menge von 0,5 bis 3 g pro Liter Flotte ein.

Typische Flottenansätze daraus sind dann beispielsweise (ohne Farbstoffe):

| | | | | |
|----------|------------------------|------|---------|--------------------------|
| 0,2 g/l | amphoterer Tensid (I) | oder | 0,4 g/l | Alkylpolyglucosid |
| 0,2 g/l | anionisches Tensid (I) | | 0,4 g/l | anionisches Tensid (I) |
| 0,06 g/l | Limonen | | 0,2 g/l | Fettsäuremonoethanolamid |
| 0,06 g/l | nichtion. Tensid | | Rest | Wasser |
| 0,06 g/l | Lösemittel | | | |
| Rest | Wasser | | | |

Die erfindungsgemäße Behandlung der Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien mit einem Aufschlag an Avivage zur gleichzeitigen Durchführung von Einfärbungen wird im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei Flottenverhältnissen von 1:5 bis 1:100, bevorzugt 1:5 bis 1:10, durchgeführt. Hierzu kann man übliche Apparaturen, wie Breitwaschmaschinen, Trommelfärbemaschinen, Baumwollwaschmaschinen und Baumwollfärbeapparate einsetzen. Die Endtemperaturen werden nach Aufheizen von Raumtemperatur aus erreicht. Es wird mit Aufheizraten von 0,5 bis 8°C/min. gearbeitet.

Bevorzugte Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c), die neben dem Farbstoff oder den Farbstoffen in der Behandlungsflotte eingesetzt sind:

(i) Betaine oder Aminoxyde, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne einen Gehalt an Terpenkohlenwasserstoffen/-alkoholen sowie mit oder ohne Lösungsmittel oder

(ii) Betaine oder Aminoxyde, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne einen Gehalt an Fettsäureethanolamiden.

Beispiele

Beispiele 1-41 und I-IV

Erfindungsgemäße Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c), die ein erfindungsgemäß gleichzeitiges Einfärben erlauben (hier Vorversuche ohne Farbstoffe); angegeben wird in der letzten Spalte der Tabelle der nach erfindungsgemäßer Flottenbehandlung noch verbleibende Avivagegehalt (als Petrolether(PE)-Extrakt); zum Vergleich nicht behandelte Rohware. Die Rohware sind Strümpfe aus Polyamid/Polyurethan-Mischfaser Als Beispiele I bis IV werden Rohwaren mit verschiedenem Ursprungsgehalt an Avivage eingesetzt und der danach verbleibende Avivagegehalt angegeben. Die angegebenen Zusammensetzungen sind Konzentrate mit den angegebenen Teilen als Gewichtsteile oder in Gew.-%. Von diesem Konzentrat werden je 1 g/l Waschflotte eingesetzt.

In den Tabellen bedeuten:

- Betain 1 = Talgfett-bis(hydroxyethyl)-betain der Formel (II)
- Tensid A = Cetylaminomethyl-phenol mit 15 Mol EO
- Tensid B = C₁₂-C₁₈-Alkohol mit 30 Mol EO, sulfatiert, Na-Salz
- Tensid C = Gemisch aus i-Tridecanol mit 3 Mol EO und i-Tridecanol mit 9 Mol EO
- Betain 2 = Dimethyl-Kokosfettamin, mit ClCH₂COONa zum Betain der Formel (II) umgesetzt
- Tensid D = carboxymethylierter Laurylalkohol mit 11 Mol EO
- Tensid E = i-Tridecylalkohol mit 4 Mol EO
- Tensid F = Dodecyl-benzolsulfonsäure-Ca-Salz (67 Tle. in 33 Tle. n-Butanol)
- Tensid G = carboxymethylierter Laurylalkohol mit 6 Mol EO
- Tensid H = Dodecylsulfat-Aminoethanol-Salz in Cyclohexanol/Methoxypropanol
- Tensid I = Polyethersiloxan (Tegopren 5878 von Fa. Th. Goldschmidt)
- Tensid J = Alkylpolyglycosid

(Fortsetzung am Ende der Tabellen)

STRUMPFWASCHMITTEL

| Beispiel Nr. | Zusammensetzung aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c) | Strümpfe PE-Extrakt |
|-----------------|---|------------------------|
| I Rohware | | 2,42 |
| 1 | 2,6 Tl. Milchsäure; 64 Tl. Betain; 8 Tl. Methoxipropanol; 8 Tl. Limonen; 16 Tl. Tensid A; 1,4 Tl. H ₂ O | 1,66 |
| 2 | 1,3 Tl. Milchsäure; 64 Tl. Betain; 8 Tl. Methoxipropanol; 8 Tl. Limonen; 16 Tl. Tensid A; 2,7 Tl. H ₂ O | 1,76 |
| 3 | 17,6 Tl. Limonen; 30,3 Tl. Betain; 10,1 Tl. Methoxipropanol; 30,3 Tl. Tensid B; 1,6 Tl. Milchsäure; 10,1 Tl. Tensid A | 1,74 |
| 4 | 5,6 Tl. Orangenölterpen; 16,7 Tl. Betain; 5,6 Tl. Methoxipropanol; 16,7 Tl. Tensid B; 5 Tl. Milchsäure; 5,6 Tl. Tensid C; 44,8 Tl. H ₂ O | 1,59 |
| 5 | 5,7 Tl. Terpinylacetat K; 17 Tl. Betain; 5,7 Tl. Methoxipropanol; 17 Tl. Tensid B; 4 Tl. Milchsäure; 5,7 Tl. Tensid C; 44,9 Tl. H ₂ O | 1,41 |
| 6 | 5,8 Tl. Alpha Terpinen; 17,3 Tl. Betain; 5,8 Tl. Methoxipropanol; 17,3 Tl. Tensid B; 2,2 Tl. Milchsäure; 5,8 Tl. Tensid C; 45,8 Tl. H ₂ O | 1,36 |
| 7 | 5,7 Tl. Balsam-Terpinol B; 17,2 Tl. Betain; 5,7 Tl. Methoxipropanol; 17,2 Tl. Tensid B; 2,5 Tl. Milchsäure; 5,7 Tl. Tensid C; 46,0 Tl. H ₂ O | 1,33 |
| 8 | 5,8 Tl. Dipenten DS; 17,3 Tl. Betain; 5,8 Tl. Methoxipropanol; 17,3 Tl. Tensid B; 2,2 Tl. Milchsäure; 5,8 Tl. Tensid C; 45,8 Tl. H ₂ O | 1,35 |
| 9 | 5,6 Tl. Dipenten B; 16,7 Tl. Betain; 5,6 Tl. Methoxipropanol; 16,7 Tl. Tensid B; 5 Tl. Milchsäure; 5,6 Tl. Tensid C; 44,8 Tl. H ₂ O | 1,35 |
| 10 | 5,8 Tl. Dipenten A; 17,3 Tl. Betain; 5,8 Tl. Methoxipropanol; 17,3 Tl. Tensid B; 2,2 Tl. Milchsäure; 5,8 Tl. Tensid C; 45,8 Tl. H ₂ O | 1,30 |
| 11 | 5,7 Tl. Limonen DL; 17,2 Tl. Betain; 5,7 Tl. Methoxipropanol; 17,2 Tl. Tensid B; 2,5 Tl. Milchsäure; 5,7 Tl. Tensid C; 46,0 Tl. H ₂ O | 1,26 |
| 12 | 5,7 Tl. Orangenölterpen; 17,2 Tl. Betain; 5,7 Tl. Methoxipropanol; 17,2 Tl. Tensid B; 2,5 Tl. Milchsäure; 5,7 Tl. Tensid C; 46,0 Tl. H ₂ O | 0,99 |
| 13 | 5,4 Tl. Piperiton; 17 Tl. Betain; 5,4 Tl. Methoxipropanol; 17 Tl. Tensid B; 7,6 Tl. Milchsäure; 5,7 Tl. Tensid C; 43,1 Tl. H ₂ O | 1,24 |
| 14 | 5,4 Tl. Pine Oil 70 C; 16,3 Tl. Betain; 5,4 Tl. Methoxipropanol; 16,3 Tl. Tensid B; 7,8 Tl. Milchsäure; 5,4 Tl. Tensid C; 43,4 Tl. H ₂ O | 1,52 |
| 15 | 5,4 Tl. Terpeneol; 16,3 Tl. Betain; 5,4 Tl. Methoxipropanol; 16,3 Tl. Tensid B; 7,8 Tl. Milchsäure; 5,4 Tl. Tensid C; 43,4 Tl. H ₂ O | 1,58 |
| II Rohware | | 3,76 |
| 16 | 19,7 Tl. Betain 2; 5,9 Tl. Methoxipropanol; 5,9 Tl. Limonen; 17,6 Tl. Tensid B; 5,9 Tl. Tensid C; 45,0 Tl. H ₂ O | 1,58 |
| III Rohware | | 5,35 |
| 16a | 19,7 Tl. Betain 2; 5,9 Tl. Methoxipropanol; 5,9 Tl. Limonen; 17,6 Tl. Tensid B; 5,9 Tl. Tensid C; 45,0 Tl. H ₂ O | 2,08 |

| Nr. | Zusammensetzung | Einsatz g/l | %PE Extr. | %Si entf. |
|------------|---|-------------|-----------------------|-----------------------|
| | | | | pH 4,5/98°C Färbegrad |
| 17 | 50% Tensid D; 50% Tensid E | 0,84 WAS | 1,43 | |
| 18 | 50% Tensid D; 50% Tensid F | " | 1,37 | |
| 19 | 41,7% Tensid D; 41,7% Tensid E; 13,3% Mineralöl (Fa. Esso); 3,3% Polydimethylsiloxan | " | 1,54 | |
| 20 | 50% Tensid G; 50% Tensid F | " | 1,56 | |
| 21 | 50% Tensid E; 50% Tensid H | " | 1,65 | |
| 22 | 50% Tensid I; 50% Tensid H | " | 1,35 | |
| 23 | 50% Tensid J; 50% Tensid H | " | 1,22 | |
| 24 | 50% Tensid D; 50% Tensid F (Wiederholung von Nr. 18) | " | 1,56 | |
| 25 | 8% Sorbitan-laurat; 8% Tensid D; 4% Na-laurat; 8% Isopropanol; H ₂ O (72 %) | " | 1,66 | |
| 26 | 8% Sorbitan-stearat; 8% Tensid D; 4% Na-laurat; 8% Isopropanol; H ₂ O (72 %) | " | 1,53 | |
| 27 | 44,1% Tensid E; 44,1% Tensid H; 11,8% techn. Laurylalkohol (C ₁₂ -C ₁₈) | " | 1,71 | |
| 28 | 28,6% Sorbitan-oleat; 28,6% Tensid D; 14,3% Na-laurat; 28,6% Tensid H | " | 1,94 | |
| 29 | 30,8% Sorbitan-oleat; 30,8% Tensid K; 15,4% Na-laurat; 15,4% Tensid L; 7,7% Isopropyl-lactat | " | 2,28 | |
| 30 | 50% Tensid M; 50% Tensid F | " | 1,29 | |
| 31 | 66,7% Tensid M; 33,3% Tensid F (50 %iger Umsatz von Tensid M) | " | 1,40 | |
| 32 | 29,1% Sorbitan-oleat; 29,1% Tensid K; 14,5% Na-laurat; 18,2% Tensid N; H ₂ O (9,1 %) | " | 1,76 | |
| 33 | Tensid M | " | 1,50 | |
| 34 | 66,7% Tensid M; 33,3% Tensid F (62 %iger Umsatz von Tensid M) | " | 1,41 | |
| 35 | 80% Tensid M; 20% Tensid F | " | 1,41 | |
| | | | pH 4,5/80°C Vorwäsche | |
| IV Rohware | | | 2,45 | |
| 36 | Octadecyldimethylaminoxid, 40%ig in Isopropanol/H ₂ O | 1 | 1,08 | 84 |
| 37 | Lauryldimethylaminbetain, entsalzt, 22%ig in H ₂ O | 1 | 1,4 | 67 |
| 38 | 16,5% Lauryldimethylaminoxid/25% Tensid L/58,5 % H ₂ O | 1 | 1,67 | 69 |

| Nr. | Zusammensetzung | Einsatz g/l | %PE Extr. | %Si entf. |
|-----|---|-------------|-----------|-----------|
| 39 | 19,5% Octadecyldimethylaminbetain/19,5% Isobutanol/3,2% NaCl/57,8 % Mischung H ₂ O/Isopropanol | 1 | 1,24 | 81 |
| 40 | 40% Tensid O/40%Tensid H/20%Tensid P | 1 | 1,61 | 86 |
| 41 | 20% Tensid O/60%Tensid H/20%Tensid L | 1 | 1,53 | 74 |

Tensid K = Marlowet 1072

Tensid L = Ethylhexylalkohol mit 6 Mol PO

Tensid M = carboxymethyliertes Gemisch (1:1) aus Laurylalkohol mit 5 Mol EO und mit 7 Mol EO

Tensid N = Nonyl-/Undecylalkohol mit 5 Mol EO bzw. 5 Mol PO

Tensid O = Glucocon (65%ig)

Tensid P = C₁₂-C₁₈-Fettsäure-monoethanolamid

WAS = waschaktive Substanz

EP 0 881 324 A2

Beispiel 42

Strumpffärberei (bisheriges Verfahren)

5 Material: Polyamid/Polyurethan
 Maschine: Trommelfärbemaschine (Dröll und Lohmann) mit Flotteneinspritzung und 700 Liter Flotteninhalt
 Flottenverhältnis: 1:10 resp. 70 kg Material

Vorwäsche:

10

15

20

25

30

| | |
|-----------------------------|------------|
| 1 g/l Tensid N | |
| 1 g/l Soda kalziniert | |
| Starttemperatur: | 25°C |
| Aufheizungsgeschwindigkeit: | 4°C/min |
| Maximaltemperatur: | 80°C |
| Behandlungsdauer: | 15' |
| Flottenablaß | |
| 1. Spülbad bei 40°C | |
| Ablassen/Schleudern | |
| 2. Spülbad bei 40°C | |
| Ablassen/Schleudern | |
| Gesamtdauer: | 80-90 min. |

Färbung:

0,5 g/l Entschäumermischung mit Mineralöl
 35 1 g/l Talgsulfonat-Na-Salz mit Oleylalkohol mit 19 EO
 4 % Egalisierungsmittel aus Alkylaminomethylphenol mit 15 EO und Kondensat aus Nonylphenol, Formaldehyd und Hexamethyldiamin mit 60 Mol EO

40

0,5 g/l Mononatriumphosphat
 0,25 ml/l Essigsäure 80%ig } pH 6,5

45

50

| | | | | | |
|----------|----------------------|------|----------|------|----------------------|
| 0,004 % | Telon Gelb 3RL micro | oder | A.Y. 240 | oder | A.Y. 242 = Gelb A3RL |
| 0,002 % | Telon Rot FRL micro | | A.R. 337 | | A.R. 299 = Rubin ASB |
| 0,0021 % | Telon Blau BRL micro | | A.B. 324 | | A.B. 264 = Blau AFN |

55

Starttemperatur:25°C

Heizgeschwindigkeit: 1°C/min } 73 min
 Maximaltemperatur: 98°C }

Färbezeit bei 98°C: 30 min, + 30 min

Abkühlen, Ablassen, Spülen, evtl. Nachbehandeln zur Echtheitsverbesserung, Avivieren.

Gesamtdauer: 103 - 120 min.

Beispiel 43

Strumpffärberei (erfindungsgemäßes Verfahren)

Material: Polyamid/Polyurethan

Maschine: Trommelfärbemaschine (Dröll und Lohmann) mit Flotteneinspritzung und 700 Liter Flotteninhalt

Flottenverhältnis: 1:10 resp. 70 kg Material

Waschen und Färben (einbadig)

1 g/l Erfindungsgemäßes Mittel nach Beispiel 16
 0,5 g/l Entschäumermischung mit Mineralöl
 1 g/l Talgsulfonat-Natriumsalz mit Oleylalkohol mit 19EO
 4 % Egalisiermittel wie in Beispiel 42
 0,5 g/l Mononatriumphosphat
 0,25 ml/l Essigsäure 80%ig
 0,004 % Telon Gelb 3RL micro
 0,002 % Telon Rot FRL micro
 0,0021 % Telon Blau BRL micro
 Starttemperatur: 25°C
 Heizgeschwindigkeit: 1°C/min
 Maximaltemperatur: 98°C
 Färbezeit bei 98°C: 30 min, + 30 min

Abkühlen, Ablassen, Spülen, evtl. Nachbehandeln zur Echtheitsverbesserung, Avivieren. Gesamtdauer: 103 - 120 min.; Einsparung 80 - 90 min.

Patentansprüche

1. Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthefasern oder daraus hergestellten tei-
 len Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, dadurch gekenn-
 zeichnet, daß man solche Synthefasern oder daraus hergestellte textile Materialien mit einer wäßrigen Flotte
 behandelt, die als wesentliche Inhaltsstoffe

a) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside,

b) einen oder mehrere Farbstoff(e) aus der Gruppe der Säurefarbstoffe, Metallkomplexfarbstoffe und Dispersi-
 onsfarbstoffe und

c) gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoff(e) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpen-
 kohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole, der Sorbitester bzw. der Mannitester und deren Oxalkylate, der Fett-
 säureethanolamide, der Alkylpolyglykoside und der Lösungsmittel

enthält und die Behandlung im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei

einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:100 durchführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:10 gearbeitet wird.

3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als amphoterer Tensid ein Betain der Formel



in der

X eine Einfachbindung oder die Gruppe $-\text{CO}-\text{NH}-(C_2-C_3-\text{Alkyl})-$ bedeutet und

R^1 und R^2 unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl oder Hydroxyethyl darstellt,

eingesetzt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als amphoterer Tensid ein Betain der Formel



eingesetzt wird.

5. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als amphoterer Tensid ein Aminoxid der Formel



eingesetzt wird, in der

X, R^1 und R^2 die in Anspruch 3 genannte Bedeutung haben.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Aminoxid eines der Formel



eingesetzt wird.

7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Flotte neben dem oder den Farbstoff(en) eine der folgenden Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c) enthält:

(i) Betaine oder Aminoxide, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne Terpenkohlenwasserstoffe/-alkohole sowie mit oder ohne Lösungsmittel oder

(ii) Betaine oder Aminoxide, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne Fettsäureethanolamide,

(iii) anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne Fettsäureethanolamide.

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 881 324 A3

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:
01.12.1999 Patentblatt 1999/48

(43) Veröffentlichungstag A2:
02.12.1998 Patentblatt 1998/49

(21) Anmeldenummer: 98108748.9

(22) Anmeldetag: 14.05.1998

(51) Int. Cl.⁶: **D06P 1/00**, D06L 3/12,
D06P 1/613, D06P 1/62,
D06P 1/64, D06P 1/642,
D06P 1/647, D06P 1/649,
D06P 1/651

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 26.05.1997 DE 19721906
25.08.1997 DE 19736923

(71) Anmelder: **BAYER AG**
51368 Leverkusen (DE)

(72) Erfinder:
• Kümmeler, Ferdinand
51371 Leverkusen (DE)
• Walz, Klaus, Dr.
51381 Leverkusen (DE)
• Pirkotsch, Michael
51381 Leverkusen (DE)
• Pfeiffer, Josef
51381 Leverkusen (DE)
• Lesszinsky, Fritz
51465 Bergisch Gladbach (DE)

(54) Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthefasern

(57) Synthefasern oder daraus hergestellte textile Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, können in einer Flotte gleichzeitig von diesen Avivagen befreit und eingefärbt werden. Die Flotte enthält als wesentliche Inhaltsstoffe

a) anionische und/oder amphotere Tenside,

b) Farbstoffe und

c) gegebenenfalls weitere Stoffe aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe/-alkohole, Sorbitester und deren Oxalkylate, Fettsäureethanolamide, Alkylpolyglykoside und Lösungsmittel.

Die Behandlung wird bei pH 4,0 bis 7,5 bei 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis 1:5 bis 1:100 durchgeführt.

EP 0 881 324 A3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 98 10 8748

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE | | | |
|--|---|---|---|
| Kategorie | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | Betrifft Anspruch | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6) |
| A | DE 15 19 519 A (GLANZSTOFF AG) 15. Januar 1970 (1970-01-15) * Ansprüche * | 1 | D06P1/00 D06L3/12 D06P1/613 D06P1/62 |
| A | GB 2 079 328 A (SANDOZ LTD) 20. Januar 1982 (1982-01-20) * Ansprüche * | 1 | D06P1/64 D06P1/642 D06P1/647 D06P1/649 |
| A | DE 21 48 701 A (IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LTD.) 30. März 1972 (1972-03-30) * Ansprüche * | 1 | D06P1/651 |
| A | CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 81, no. 14, 7. Oktober 1974 (1974-10-07) Columbus, Ohio, US; abstract no. 79299, NAMIKI, HIROSHI ET AL: "Dyeing textile fabrics composed of polyester fiber" XP002117834 * Zusammenfassung * & JP 48 042274 B (TEIJIN LTD.) 11. Dezember 1973 (1973-12-11) | 1 | |
| | | | RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6) |
| | | | D06P |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt | | | |
| Recherchenort DEN HAAG | | Abschlußdatum der Recherche 6. Oktober 1999 | Prüfer Herrmann, J |
| KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE | | T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument | |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur | | | |

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 98 10 8748

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

06-10-1999

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|---|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| DE 1519519 A | 15-01-1970 | FI 45031 B | 30-11-1971 |
| | | NL 6605393 A | 31-10-1966 |
| GB 2079328 A | 20-01-1982 | DE 3124961 A | 09-09-1982 |
| | | FR 2486116 A | 08-01-1982 |
| | | IT 1209873 B | 30-08-1989 |
| | | JP 57042988 A | 10-03-1982 |
| DE 2148701 A | 30-03-1972 | GB 1361209 A | 24-07-1974 |
| | | AU 3396871 A | 05-04-1973 |
| | | AU 3397071 A | 05-04-1973 |
| | | BE 773289 A | 29-03-1972 |
| | | BE 773290 A | 29-03-1972 |
| | | CA 968103 A | 27-05-1975 |
| | | DE 2148702 A | 06-04-1972 |
| | | FR 2108229 A | 19-05-1972 |
| | | FR 2108066 A | 12-05-1972 |
| | | GB 1335984 A | 31-10-1973 |
| | | NL 7113287 A | 04-04-1972 |
| | | NL 7113288 A | 04-04-1972 |
| | | US 3838967 A | 01-10-1974 |
| | | IT 938854 B | 10-02-1973 |
| | | IT 970551 B | 20-04-1974 |
| | | ZA 7106268 A | 31-05-1972 |
| | | ZA 7106269 A | 31-05-1972 |
| JP 48042274 B | 11-12-1973 | KEINE | |

EPO FORM P4461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82